



⑯ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 3420794 A1

⑯ Int. Cl. 3:  
G 01 N 29/00  
G 01 H 5/00

⑯ Aktenzeichen: P 34 20 794.5  
⑯ Anmeldetag: 4. 6. 84  
⑯ Offenlegungstag: 13. 12. 84

DE 3420794 A1

⑯ Unionspriorität: ⑯ ⑯ ⑯  
10.06.83 AT 2140-83

⑯ Anmelder:  
Heimel, Helmut, Dr.; Leopold, Hans, Prof. Dr.;  
Stabinger, Hans, Dipl.-Ing. Dr., Graz, AT

⑯ Vertreter:  
Grünecker, A., Dipl.-Ing.; Kinkeldey, H., Dipl.-Ing.  
Dr.-Ing.; Stockmair, W., Dipl.-Ing. Dr.-Ing. Ae.E. Cal  
Tech; Schumann, K., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat.; Jakob,  
P., Dipl.-Ing.; Bezold, G., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.;  
Meister, W., Dipl.-Ing.; Hilgers, H., Dipl.-Ing.;  
Meyer-Plath, H., Dipl.-Ing. Dr.-Ing., Pat.-Anw., 8000  
München

⑯ Erfinder:  
gleich Anmelder

⑯ Einrichtung zur Untersuchung von Flüssigkeitseigenschaften

Bei einer Einrichtung zur Untersuchung von Flüssigkeitseigenschaften durch die Bestimmung der Ausbreitungsgeschwindigkeit des Schalls ist eine Meßzelle vorgesehen, welche eine das Präparat aufnehmende Schallstrecke aufweist. Diese Schallstrecke ist zwischen einem elektrisch-akustischen Wandler und einem akustisch-elektrischen Wandler angeordnet. Damit die Flüssigkeitseigenschaften bei kleinen Proben einfach und genau bestimmt werden können, sind die Wandler an eine Erreger- und Detektivschaltung angeschlossen, mit welcher ein elektronisches Steuerwerk in Verbindung steht.

DE 3420794 A1

A. GRÜNECKER, DR. ING.  
DR. H. KINKELDEY, DR. ING.  
DR. W. STOCKMAIR, DPL. INGAE. ICAI  
DR. K. SCHUMANN, DR. INGEN.  
P. H. JAKOB, DPL. ING.  
DR. G. BEZOLO, DR. CHEM.  
W. MEISTER, DPL. ING.  
H. HILGERS, DPL. ING.  
DR. H. MEYER-PLATH, DR. ING.

Herr Dr. Helmut HEIMEL  
Hugo-Schuchardt-Str. 34  
A - 8010 Graz

Herr Dr. Hans LEOPOLD  
August-Musbergasse 4  
A - 8010 Graz

Herr Dr. Hans STABINGER  
Peterstalstraße 156  
A - 8042 Graz

8000 MÜNCHEN 22  
MAXIMILIANSSTRASSE 58

5

0

5. Einrichtung zur Untersuchung von Flüssigkeitseigenschaften

10 Patentansprüche

1. Einrichtung zur Untersuchung von Flüssigkeitseigenschaften  
durch die Bestimmung der Ausbreitungsgeschwindigkeit des  
15 Schalls, die eine Meßzelle mit einer das Präparat aufnehmenden,  
zwischen einem elektrisch-akustischen Wandler und ei-  
nem akustisch-elektrischen Wandler angeordneten Schall-  
strecke aufweist, dadurch gekennzeichnet, daß an den Ein-  
gang des elektrisch-akustischen Wandlers (4) und an den Aus-  
30 gang des akustisch-elektrischen Wandlers (5) eine elektro-  
nische Erreger- und Detektorschaltung (9) angeschlossen ist,  
die mit einem elektronischen Steuerwerk (10) in Verbindung  
steht, das über die Erreger- und Detektorschaltung (9) an  
den elektrisch akustischen Wandler (4) ein periodisches Er-  
35 regersignal abgibt, dessen Periode so groß ist, daß inner-  
halb dieser Periode alle Signalübergänge des Detektorsignals  
die durch Umwegsignale und Reflexionen in der Meßzelle ent-  
stehen, abgeklungen sind, wobei der Detektor der Erreger-

und Detektorschaltung (9) bei Erreichen einer vorgegebenen Schwelle des vom akustisch-elektrischen Wandler (5) gelieferten Signals an das Steuerwerk (10) ein Signal abgibt, und daß das Steuerwerk (10) die Zeitspanne ( $t_m$ ) zwischen dem Start des Erregersignals und dem ersten Überschreiten der vorgegebenen Schwelle in ein periodisches Ausgangssignal (23) des Steuerwerkes (10) umsetzt, dessen Periode in einem ganzzahligen Verhältnis zu dieser Zeitspanne ( $t_m$ ) steht.

2. Einrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Steuerwerk (10) an die Erreger- und Detektorschaltung (9) binäre Signale abgibt und von dieser binäre Signale empfängt.
3. Einrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das elektronische Steuerwerk (10) ein Detektorflipflop (19) enthält, welches nach Abklingen des elektrischen Erregerstoßes, aber vor dem Eintreffen des ersten Signalüberganges des Detektorsignals in eine bestimmte Richtung nach der Erregung zurückgesetzt und von diesem ersten Signalübergang gesetzt wird und somit alle weiteren Signalübergänge im Detektorsignal, die auf denselben Erregerstoß zurückgehen, ausgeblendet werden.
4. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß ein elektrisch verstimmbarer Oszillatator (17) vorgesehen ist, dessen Frequenz automatisch so geregelt wird, daß die kürzeste Laufzeit in der Schallstrecke des Probenraumes (3) gleich einem bestimmten ganzzahligen Vielfachen der Periode des Oszillators (17) wird.
5. Einrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der elektrisch verstimmbare Oszillatator (17) über einen Zähler (14) an den Steuereingang eines Rampengenerators (15) angeschlossen ist, welcher zu Beginn zweier bestimmter Zählerstände des Zählers (14) zwei Rampen in bestimmter Richtung auslöst, wobei zum Zeitpunkt des Passierens einer bestimmten Schwelle der einen Rampe, vorteilhaftweise mit Hilfe eines Komparators (13) und eines UND-Gatters (12), das Erregersignal erzeugt wird und der Augenblickswert der zweiten Rampe zum Zeitpunkt des Ein-

treffens des ersten Überganges des Detektorsignals in bestimmter Richtung nach der Erregung in einen Analogspeicher (16) eingespeichert und zur Nachsteuerung des elektrisch verstimmhbaren Oszillators (17), vorteilhafterweise über einen Integrator (18), verwendet wird.

6. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß mit der Erreger- und Detektorschaltung (9) die Amplitude der Erregung, insbesondere mittels einer elektrisch steuerbaren Spannungsquelle, auf einen konstanten Wert der Amplitude und bzw. oder der Steigung des vom akustisch-elektrischen Wandler (5) gelieferten Signals geregelt wird.
7. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Probenbehälter (2) aus einem Material hoher akustischer Dämpfung und kleiner Schallgeschwindigkeit, vorteilhafterweise aus Polytetrafluoräthylen, besteht.
8. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Laufzeit für das Übersprechen vom elektrisch-akustischen Wandler (4) zum akustisch-elektrischen Wandler (5) über die Stützkonstruktion (1) größer ist als die Laufzeit des Schalls durch das Präparat.
9. Einrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Schallgeschwindigkeit in der Thermostatflüssigkeit, vorzugsweise Tetrachlormethan, kleiner ist als jene im Präparat.

Der Patentanwalt:

Die Erfindung betrifft eine Einrichtung zur Untersuchung von Flüssigkeitseigenschaften durch die Bestimmung der Ausbreitungsgeschwindigkeit des Schalls, die eine Meßzelle mit einer das Präparat aufnehmenden, zwischen einem elektrisch-akustischen Wandler und einem akustisch-elektrischen Wandler angeordneten Schallstrecke aufweist.

Es ist bekannt, daß zahlreiche Flüssigkeitseigenschaften wie die Konzentration, der Polymerisationsgrad, die Reinheit u. dgl. dadurch bestimmt werden können, daß die Schallgeschwindigkeit in diesen Flüssigkeiten gemessen wird.

Zur Messung der Schallgeschwindigkeit stehen grundsätzlich drei Methoden zur Verfügung.

Bei einer Methode werden in der Probe stehende Schallwellen erregt. Aus der Frequenz der stehenden Schallwelle und den Abmessungen der Probe läßt sich die Schallgeschwindigkeit in der Probe ermitteln. Zur Messung an Flüssigkeiten wird die Probe gewöhnlich zwischen zwei planparallelen Platten eingeschlossen, deren eine als Schallsender, deren andere als Schallempfänger ausgebildet ist.

Aus den Sendefrequenzen, bei denen Maximalwerte des Empfänger-signalen auftreten, aus dem Abstand der Platten und deren mechanischen Eigenfrequenzen ist die Schallgeschwindigkeit in der Flüssigkeit errechenbar. Ein Vorteil dieser Methode ist die Möglichkeit der Messung der Schallgeschwindigkeit in einem großen Frequenzbereich. Nachteilig ist die große Empfindlichkeit auf planparallele Lage von Sender- und Empfänger. Das blasen-freie Befüllen der Meßzelle und deren Thermostatisierung sind sehr schwierig, so daß genaue Messungen zeitraubend sind. (A. M. Labhardt: Konstruktion und Berechnung von Zylinderresonatoren zur Schallabsorption- und Dispersionsmessung chemischer Relaxationsprozesse; Dissertation Basel 1975).

Bei einer anderen Methode werden in die Probe kontinuierliche Schallwellen gesendet. In einem bekannten Abstand vom Sender

ist ein Empfänger angeordnet. Wird die Sendefrequenz kontinuierlich verändert, so erscheint das Empfangssignal bei Äquidistanten Frequenzen in gleicher Phasenlage zum Sendesignal. Aus dem Abstand dieser Frequenzen und dem Abstand von Sender und Empfänger kann die Schallgeschwindigkeit in der Probe ermittelt werden. Bei dieser Methode stören stehende Wellen. Diese sind vermeidbar bei stark absorbierenden Flüssigkeiten oder sehr großen Aufbauten sowie mittels technisch sehr aufwendiger Apparaturen. (W.Schaafs und C.Kalweit: Das Phasenvergleichsinterferometer zur Messung kleinsten Schallgeschwindigkeitsänderungen bis zu 1mm/sec.; in "Acustica", Vol.10 (1960), S.385-393).

Bei der dritten Methode wird die Zeit gemessen, die ein Schallimpuls zum Durchlaufen einer bestimmten Strecke in der Probe benötigt. Die Schallgeschwindigkeit ist dann durch den Quotienten von Laufstrecke und Laufzeit gegeben.

Zur Bestimmung der Laufzeit sind mehrere Verfahren bekannt.

Bei der Puls-Echo-Überlappungsmethode werden in regelmäßigen Abständen Schallimpulse in die Probe gesendet. Der erste von einem Sendeimpuls herrührende Empfangsimpuls und das nächste Echo dieses zuerst am Empfänger, dann am Sender reflektierten Impulses werden auf einem Oszilloskop übereinander abgebildet. Dazu erfolgt die Zeitablenkung des Oszilloskops mit einer Frequenz, die ein ganzzahliges Bruchteil der Frequenz der Sendeimpulse ist. Diese Frequenz wird solange verstellt, bis sich die gewünschten Empfangssignale am Bildschirm gerade überdecken. Darauffolgende Echos werden ausgeblendet. Die Frequenz der Zeitablenkung des Oszilloskops und der Abstand von Sender und Empfänger sind dann ein Maß für die Laufzeit des Impulses in der Probe. Diese Methode liefert gute Ergebnisse, wurde aber bis jetzt nicht automatisiert. Sie erfordert die Beobachtung eines Schirmbildes und die manuelle Nachstellung einer Frequenz.

Bei der Puls-Überlagerungsmethode wird der Sender von einem Frequenzgenerator gesteuert. Stellt man die Sende-frequenz so ein, daß sich das erste Empfangssignal und die darauffolgenden Echos maximal konstruktiv überlagern, so kann aus dieser Frequenz die Laufzeit der Schallimpulse bestimmt werden. Nachteilig wirkt sich der Einfluß von Reflexionen an seitlichen Begrenzungsflächen der Probe aus. (Emmanuel P. Papadakis: Ultrasonic Velocity and Attenuation Methods with Scientific and Industrial Applications, Physical Acoustics, Vol.XII, 1976).

Bei der sogenannten Sing-Around-Methode ruft der von einem Sendeimpuls herrührende, um die Laufzeit verzögerte Empfangsimpuls den nächsten Sendeimpuls hervor. Die sich ergebende Sende-frequenz ist durch die Laufzeit des Schallimpulses in der Probe, im Sender und im Empfänger sowie durch Verzögerungszeiten im elektrischen Teil gegeben. Diese Methode ist nur für stark absorbierende Flüssigkeiten geeignet, da ansonsten noch mehrfach reflektierte Schallwellen von früheren Sendeimpulsen zum Empfangssignal beitragen.

Die dargelegte dritte Methode, bei der die Zeit gemessen wird, die ein Schallimpuls zum Durchlaufen einer bestimmten Strecke in der Probe benötigt, eignet sich vornehmlich zur Messung der Schallgeschwindigkeit in Festkörperproben, bei denen die Länge der Laufstrecke durch die Probe selbst gegeben ist. Bei Messungen an Flüssigkeiten muß der Abstand von Sender und Empfänger durch eine Stützkonstruktion aus einem Festkörper festgelegt werden. Auch das Probenvolumen wird in der Regel durch eine Wand aus einem Festkörper begrenzt. Die Schallgeschwindigkeit ist in dafür in Frage kommenden Materialien groß gegen die Schallgeschwindigkeit in vielen interessierenden Flüssigkeiten. Um zu vermeiden, daß über die Stützkonstruktion und die Probenbegrenzung laufende Schallimpulse sowie Reflexionen an der Probenbegrenzung die Messung stören, sind unhandliche und schwer zu thermostatisierende Aufbauten notwendig.

Das Ziel der Erfindung besteht darin, eine Einrichtung der eingangs genannten Art zu schaffen, die in einem routinemäßigen Laborbetrieb die Möglichkeit bietet, Eigenschaften von Flüssigkeiten mittels der Schallgeschwindigkeit einfach und dennoch genau bestimmen zu können.

Erfindungsgemäß ist an den Eingang des elektrisch-akustischen Wandlers und an den Ausgang des akustisch-elektrischen Wandlers eine elektronische Erreger- und Detektorschaltung angeschlossen, die mit einem elektrischen Steuerwerk in Verbindung steht, das über die Erreger- und Detektorschaltung an den elektrisch-akustischen Wandler ein periodisches Erregersignal abgibt, dessen Periode so groß ist, daß innerhalb dieser Periode alle Signalübergänge des Detektorsignals, die durch Umwegsignale und Reflexionen in der Meßzelle entstehen, abgeklungen sind, wobei der Detektor der Erreger- und Detektorschaltung bei Erreichen einer vorgegebenen Schwelle des vom akustisch-elektrischen Wandler gelieferten Signals an das Steuerwerk ein Signal abgibt, und wobei das Steuerwerk die Zeitspanne zwischen dem Start des Erregersignals und dem ersten Überschreiten der vorgegebenen Schwelle in ein periodisches Ausgangssignal des Steuerwerkes umsetzt, dessen Periode in einem ganzzahligen Verhältnis zu dieser Zeitspanne steht.

Mit der erfundungsgemäßen Einrichtung wird vor allem erreicht, daß das Probenvolumen sehr klein, z.B. 1ccm, gehalten werden kann. In unmittelbarem Zusammenhang damit ergibt sich der Vorteil, daß eine einwandfreie Thermostatisierung mit einfachen Mitteln möglich ist. Darüber hinaus sind infolge der kurzen Temperaturangleichszeit rasch aufeinanderfolgende Untersuchungen an verschiedenen Flüssigkeitsproben möglich. Ein weiterer Vorteil besteht darin, daß die Meßgröße als periodisches Signal vorliegt, dessen Auswertung beispielsweise mit einem quarzgesteuerten Frequenzzähler mit höchster Genauigkeit möglich ist. Die Ausgabe digitaler Meßgrößen vermeidet subjektive Ablesefehler.

Vorteilhafterweise gibt das Steuerwerk an die Erreger- und Detektor-

schaltung binäre Signale ab und empfängt von dieser binäre Signale. Dadurch werden Fehler an der Schnittstelle zwischen Steuerwerk und der Erreger- und Detektorschaltung vermieden.

5 Zweckmäßigerweise enthält das elektronische Steuerwerk ein Detektorflipflop, welches nach Abklingen des elektrischen Erregerstoßes, aber vor dem Eintreffen des ersten Signalüberganges des Detektorsignals in eine bestimmte Richtung nach der Erregung zurückgesetzt und von diesem ersten Signalübergang gesetzt wird und somit alle weiteren Signalübergänge im Detektor-  
0 signal, die auf denselben Erregerstoß zurückgehen, ausgeblendet werden.

Nach einer Weiterbildung der Erfindung ist eine elektrisch verstimmbarer Oszillator vorgesehen, dessen Frequenz automatisch so geregelt wird, daß die kürzeste Laufzeit in der Schallstrecke des Probenraumes gleich einem bestimmten ganzzahligen Vielfachen der Periode des Oszillators wird. Auch die Wartezeit bis zum Abklingen der Störungen durch Umwegsignale und Reflexionen wird ein ganzzahliges Vielfaches dieser Periode.

Vorteilhafterweise ist der elektrisch verstimmbare Oszillator über einen Zähler an den Steuereingang eines Rampengenerators angeschlossen, welcher zu Beginn zweier bestimmter Zählerstände des Zählers zwei Rampen in bestimmter Richtung auslöst, wobei zum Zeitpunkt des Passierens einer bestimmten Schwelle der einen Rampe, vorteilhafterweise mit Hilfe eines Komparators und eines UND-Gatters, das Erregersignal erzeugt wird und der Augenblickswert der zweiten Rampe zum Zeitpunkt des Eintreffens des ersten Überganges des Detektorsignals in bestimmter Richtung nach der Erregung in einen Analogspeicher eingespeichert und zur Nachsteuerung des elektrisch verstimmmbaren Oszillators, vorteilhafterweise über einen Integrator, verwendet wird. Durch die Verwendung ein- und desselben Rampengenerators für die Auslösung des Erregersignals und die Bestimmung der zeitlichen Lage des ersten Detektorsignals durch den Analogspeicher wird erreicht, daß die Steigung des Rampengenerators und seine

Linearität nicht in die Meßgenauigkeit eingehen.

Zweckmäßigerweise wird mit der Erreger- und Detektorschaltung die Amplitude der Erregung, insbesondere mittels einer elektrisch steuerbaren Spannungsquelle, auf einen konstanten Wert der Amplitude und bzw. oder der Steigung des vom akustisch-elektrischen Wandler gelieferten Signals geregelt. Damit wird erreicht, daß unabhängig von der Dämpfung und dem Schallwiderstand des Präparates die Amplitude und die Form des vom akustisch-elektrischen Wandlers empfangenen Signals konstant bleibt, wobei die Schwelle in der Erreger- und Detektorschaltung immer an der gleichen Stelle des vom akustisch-elektrischen Wandlers empfangenen Signals überschritten wird.

Vorteilhafterweise besteht der Probenbehälter aus einem Material hoher akustischer Dämpfung und kleiner Schallgeschwindigkeit, vorteilhafterweise aus Polytetrafluoräthylen.

Zweckmäßigerweise ist die Laufzeit für das Übersprechen vom elektrisch-akustischen Wandler zum akustisch-elektrischen Wandler über die Stützkonstruktion größer als die Laufzeit des Schalls durch das Präparat.

Nach einer Weiterbildung ist die Schallgeschwindigkeit in der Thermostatflüssigkeit, vorzugsweise Tetrachlormethan, kleiner als jene im Präparat.

Durch diese Maßnahmen werden Störungen durch Voreilen von Schallwellen im Probenbehälter in der Stützkonstruktion und in der Thermostatflüssigkeit vermieden.

Weitere Einzelheiten der Erfindung ergeben sich anhand der Zeichnung in der u.a. ein Ausführungsbeispiel dargestellt ist.

Fig.1 zeigt schematisch den Aufbau einer erfindungsgemäßen Meßzelle, Fig.2 einen Schnitt nach der Linie II-II der Fig.1, Fig.3 eine Schaltungsanordnung und Fig.4 einige Zeitdiagramme.

Die in den Figuren 1 und 2 dargestellte erfindungsmäßige Meßzelle weist eine Stützkonstruktion 1 auf, die einen Probenbehälter 2 trägt, in der sich ein Probenraum 3 befindet, der von einem elektrisch-akustischen Wandler 4, von einem akustisch-elektrischen Wandler 5 sowie deren Halterungen und dem Probenbehälter 2 begrenzt wird, wobei der Abstand zwischen dem elektrisch-akustischen Wandler 4 und dem akustisch-elektrischen Wandler 5 durch die Stützkonstruktion 1 konstant gehalten wird. Die zu untersuchende Flüssigkeit wird durch den Anschluß 6 in den Probenraum 3 geleitet. Um von der Umgebungstemperatur unabhängig zu sein, wird der Meßzelle durch den Anschluß 7 eine Thermostatflüssigkeit zugeführt, die die Meßzelle durch den Anschluß 8 wieder verläßt, wobei dafür gesorgt ist, daß die Thermostatflüssigkeit den Probenbehälter 2 so vollständig wie möglich umströmt.

Der elektrisch-akustische Wandler 4, ein piezoelektrisches Element, sendet entsprechend einem elektrischen Sendeimpuls einen Schallimpuls aus. Ein Teil dieses Impulses gelangt über Zwischenschichten wie Trägermaterial, Korrosionsschutzschicht u. dgl. in den Probenraum 3, ein anderer Teil über die Halterung des elektrisch-akustischen Wandlers 4 in die Stützkonstruktion 1 der Meßzelle.

Der in den Probenraum 3 eintretende Schallimpuls ruft nach Durchlaufen der Probe am akustisch-elektrischen Wandler 5 ein Signal hervor, das nach einer Meßzeit  $t_m$ , gerechnet vom Beginn des elektrischen Sendeimpulses an, einen festgelegten Schwellenwert erreicht. Die Konstruktion ist nun derart ausgelegt, daß das Durchlaufen der Stützkonstruktion 1 in jedem Falle eine längere Zeit beansprucht als der direkten Verbindung über die Präparatstrecke entspricht. Es ist somit sichergestellt, daß das Signal, welches den dem akustisch-elektrischen Wandler 5 zugeordneten Schwellwert überschreitet, von der Laufzeit im Präparat bestimmt wird. Alle Störungen, die die Stoßanregung in der Struktur hervorruft, sowie Reflexionen an der Wand des Probenbehälters 2 treffen später am akustisch-elektrischen Wandler 5 ein und erzeugen ein nur langsam abklindes Störsignal.

Um ein zeitliches Voreilen des Erregerimpulses in der Wand des Probenbehälters 2 zu verhindern, muß dieser aus einem gut reflektierenden und die Schallwellen absorbierenden Material gefertigt werden. Dies wird bei der in den Figuren 1 und 2 dargestellten Ausführung teils durch eine freie Oberfläche des Präparates, teils durch eine dünne Polytetrafluoräthylen-Wanne erreicht. Dieses Material weist, vor allem wenn es mit Glaspartikeln versetzt ist, einen sehr hohen Dämpfungsgrad bei relativ kleiner Schallgeschwindigkeit auf. Die freie Oberfläche ist wegen der 100%igen Reflexionswirkung völlig unkritisch, bringt jedoch den Nachteil daß diese Umrandung einer effektiven Thermostatisierung nicht mehr zur Verfügung steht. Bei der in den Figuren 1 und 2 dargestellten Konstruktion wurde ein Kompromiß zwischen guter Thermostatisierbarkeit und einfacher Handhabung beim Nachfüllen und Reinigen der Kavität geschlossen.

Anteile des Schallimpulses, die die Wand des Probenbehälters 2 durchdringen, werden sich auch in der Thermostatflüssigkeit ausbreiten und ebenfalls den akustisch-elektrischen Wandler 5 erreichen. Durch die Wahl einer Thermostatflüssigkeit kleiner Schallgeschwindigkeit (beispielsweise Tetrachlormethan) wird die Gefahr des Voreilens des Stoßimpulses unterbunden.

Durch die erfindungsgemäße Meßzelle ist sichergestellt, daß die durch die Stoßanregung induzierte Störung nach einer Laufzeit, die nur von der direkten Verbindungsstrecke durch das Präparat gegeben ist, den akustisch-elektrischen Wandler 5 als erste erreicht. Diese Laufzeit entspricht der Schallgeschwindigkeit im unendlich ausgedehnten Medium. Die Messung ist somit frei von apparatespezifischen Parametern.

Um nun mit einer solchen Meßzelle eine automatische Messung der Ausbreitungsgeschwindigkeit zu erzielen, sind der elektro-akustische Wandler 4 einerseits und der akustisch-elektrische Wandler 5 andererseits an eine Erreger- und Detektorschaltung 9 angeschlossen, wie dies Fig.3 zeigt. Die Erreger- und Detektorschaltung 9 steht mit einem elektronischen Steuerwerk 10 in

Verbindung. Dabei ist der Steuereingang 11 der Erreger- und Detektorschaltung 9 an den Ausgang eines UND-Gatters 12 angeschlossen; an dessen Eingängen einerseits der Ausgang eines Komparators 13, andererseits ein Ausgang eines modulo- $m$ -Zählers 14 liegen. Der eine Eingang des Komparators 13 ist an den Ausgang eines Rampengenerators 15 ebenso wie der eine Eingang eines Analogspeichers 16 angeschlossen. Der Eingang des Rampengenerators 15 ist an einen weiteren Ausgang des modulo- $m$ -Zählers 14 angeschlossen, dessen Eingang am Ausgang eines elektrisch verstimmhbaren Oszillators 17 liegt, dessen Eingang mit einem Integrator 18 verbunden ist, dan dessen Eingang der Ausgang des Analogspeichers 16 liegt. Ein weiterer Eingang des Analogspeichers 16 liegt am Q-Ausgang eines Detektorflipflops 19, dessen Setzeingang 8 an einen Ausgang der Erreger- und Detektorschaltung 9 und dessen Rücksetzeingang R an einen dritten Ausgang des modulo- $m$ -Zählers 14 angeschlossen sind.

Wie in Fig.4 dargestellt ist, liefert der elektrisch verstimmbare Oszillator 17 Taktimpulse a an den modulo- $m$ -Zähler 14. Dieser erzeugt ein Steuersignal b für den Rampengenerator 15, der die Rampenspannung c liefert. Der Komparator 13 löst zum Zeitpunkt des Nulldurchganges der Rampenspannung c während des Zählerstandes "1" des modulo- $m$ -Zählers 14 mit Hilfe des UND-Gatters 12 über den Steuereingang 11 die Erregung nach der Impulsfolge d aus. Die Leitung 21 ist also nur während des Zählerstandes "1" im logischen 1-Zustand. Beispielsweise in der Stellung "3" des modulo- $m$ -Zählers 14 wird das Detektorflipflop 19 zurückgesetzt (Folge e). Die Erreger- und Detektorschaltung 9 liefert an den Setzeingang des Detektorflipflops 19 die Impulsfolge f, wobei auf die 1. Auslenkung nach der Zeit  $t_m$  noch Reflexions- und Umgewegsignale 24 folgen. Diese liegen nach der Zeitspanne  $t_m$  in der Wartezeit  $t_w$ . Beim Eintreffen des ersten von der Erreger- und Detektorschaltung 9 gelieferten Detektorsignals wird das Detektorflipflop 19 gesetzt (Folge e). Die Leitung 22 geht in den logischen 1-Zustand. Die zu diesem Zeitpunkt vorhandene Spannung auf der Leitung 20 (Rampe) wird von dem Analogspeicher 16 übernommen. Diese Spannung ist nur dann genau 0 Volt, wenn der zeitliche

Abstand zwischen Erregung und erster Auslenkung des akustisch-elektrischen Wandlers 5 genau 5 Taktperioden des elektrisch verstimmten Oszillators 17 beträgt. Im Falle einer Abweichung erzeugt der Integrator 18 eine Schiebespannung, die den elektrisch verstimmten Oszillator 17 ohne Restfehler nachstimmt.

Am Ausgang 23 kann ein Periodenmesser angeschlossen werden, der die Laufzeit der Schallstrecke als Mittelwert der Periode des elektrisch verstimmten Oszillators 17 darstellt.

Der Sendeimpuls wird durch einen Spannungssprung am elektrisch-akustischen Wandler 4 hervorgerufen. Dieser Spannungssprung wird vom Rampengenerator 15 initiiert und bildet den Ausgangspunkt der Laufzeitmessung. Nach der Zeit  $t_m$  wird am elektrisch-akustischen Wandler 5 der ankommende Schallimpuls erstmals eine in der Erreger- und Detektorschaltung 9 definierte Schwelle überschreiten. Wie oben beschrieben, stammt dieser Impuls von der Laufzeit durch das Präparat und begrenzt somit die der Schallgeschwindigkeit im unbegrenzten Medium zuordenbare Zeit.

Nach diesem Ereignis treten über längere Zeit Spannungsschwankungen am elektrisch-elektrischen Wandler 5 auf, die von Reflexionen und Umwegsignalen stammen. Während dieser Zeit ist eine neuerliche Messung von  $t_m$  unmöglich, da die Schwelle dauernd von Störungen überschritten wird. Es muß daher - vor einer weiteren Messung durch Stoßanregung und Bestimmung des ankommenden Pulses am elektrisch-elektrischen Wandler 5 - eine Wartezeit  $t_w$  eingeführt werden, bis alle Störungen durch Absorption in der Struktur abgeklungen sind.

Da die Meßstrecke wegen des gewünschten kleinen Präparatvolumens relativ kurz ist, beträgt auch die Laufzeit  $t_m$  nur wenige Mikrosekunden (ca.  $30\mu s$ ). In dieser Zeitspanne kann die Laufzeit nicht mit dem üblichen Verfahren aus einer Messung mit genügender Genauigkeit (gewünscht  $10^{-5}$ ) ermittelt werden. Die erfindungsgemäße Einrichtung gestattet nun einen periodischen Ablauf, in den sowohl die Meßzeit  $t_m$  als auch die Wartezeit  $t_w$  als ein ganzzahliges Vielfaches der Periode des Oszillators 17

miteinbezogen werden. Dieser periodische Ablauf wird von dem elektrisch verstimmhbaren Oszillator 17 gesteuert, dessen Frequenz bzw. Periodendauer durch den Vergleich einer großen Anzahl von Laufzeitmessungen auf eine Gleichheit von Laufzeit und ganzzahligem Vielfachen der Periodendauer des elektrisch verstimmhbaren Oszillators 17 automatisch abgeglichen wird.

Durch die Verwendung ein- und desselben Rampengenerators 15 für die Auslösung des Erregersignals (Komparator 13) und die Bestimmung der zeitlichen Lage des ersten Detektorsignals durch den Analogspeicher 16 wird erreicht, daß die Steigung des Rampengenerators 15 und seine Linearität nicht in die Meßgenauigkeit eingehen. Dazu ist weiters erforderlich, daß der Bezugspunkt des Komparators 13 und des auf den Analogspeicher folgenden Integrators 18 dasselbe Potential aufweisen. Eine weitere, beispielsweise in der Erreger- und Detektorschaltung 9 enthaltene Regelschaltung steuert die Amplitude des Erregerimpulses in der Art, daß die Form des Empfängersignals auch bei unterschiedlicher Dämpfung des Präparates und unterschiedlich hohen Schallwiderständen erhalten bleibt. Dadurch werden apparatuspezifische Beeinflussungen des Meßwertes vermieden. Die Frequenz des elektrisch verstimmhbaren Oszillators 17 kann, da es sich um einen periodischen Vorgang hoher spektraler Reinheit handelt, mit den üblichen Frequenzzählern ohne zusätzliche Fehler einfach gemessen werden.

Sie steht in verkehrter Proportionalität zur Laufzeit  $t_m$ .

Die Meßzeit  $t_m$  setzt sich zusammen aus der Laufzeit in der Probe  $t_2 = l/c$ , wobei  $c$  die Schallgeschwindigkeit in der Probe ist und  $l$  die Länge der Laufstrecke bedeutet, und den Laufzeiten im elektro-akustischen Wandler 4, im akustisch-elektrischen Wandler 5, in Zwischenschichten sowie im elektrischen Teil der Anordnung. Diese letzteren Zeiten, zusammen  $t_s$ , sind bei konstantem Empfangssignal von der Schallgeschwindigkeit in der Probe unabhängig.

Es gilt:

$$t_m = \frac{l}{c} + t_s$$

000-100-004

3420794

und hieraus:

$$c = \frac{1}{t_m - t_s}$$

5 Sind die Länge der Laufstrecke l, die Schallgeschwindigkeit in einer Eichsubstanz  $c_1$  und die dazugehörige Meßzeit  $t_{m1}$  bekannt, so ist

$$t_s = t_{m1} - \frac{1}{c_1}$$

0

Damit kann die Schallgeschwindigkeit in einer beliebigen Probe aus der jeweiligen Meßzeit  $t_m$  bestimmt werden.

5 Ist die Länge der Laufstrecke l nicht bekannt, so muß eine zweite Eichsubstanz mit einer anderen Schallgeschwindigkeit  $c_2$  herangezogen werden.

Dann ist

$$l = c_1 \cdot t_s + \frac{(t_{m2} - t_{m1})}{(c_1 - c_2)}$$

0

und

$$t_s = \frac{c_1 \cdot t_{m1} - c_2 \cdot t_{m2}}{c_1 - c_2}$$

5

Der Patentanwalt:

30

Nummer: 34 20 794  
Int. Cl. 3: G 01 N 29/00  
Anmeldetag: 4. Juni 1984  
Offenlegungstag: 13. Dezember 1984

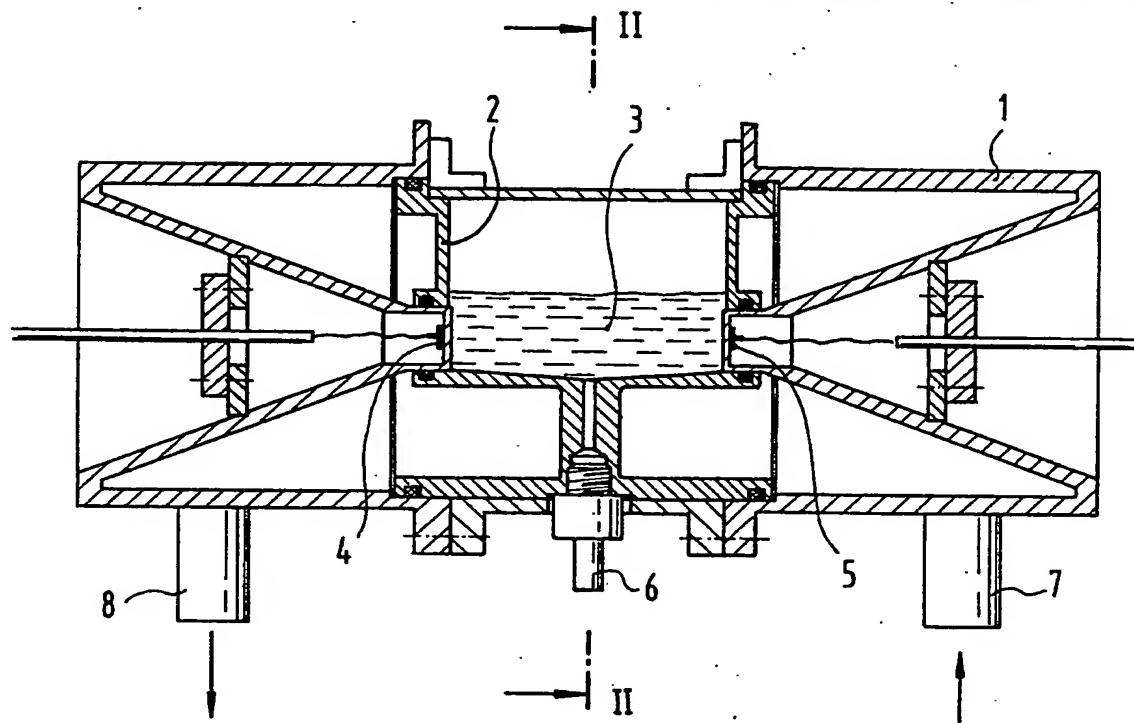


Fig. 1

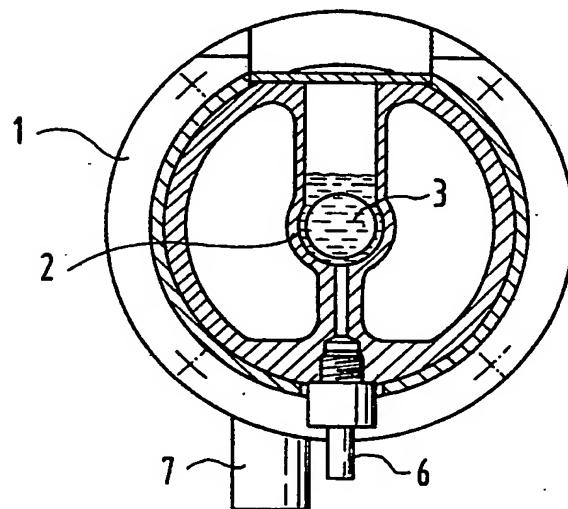


Fig. 2

3420794

Fig. 3

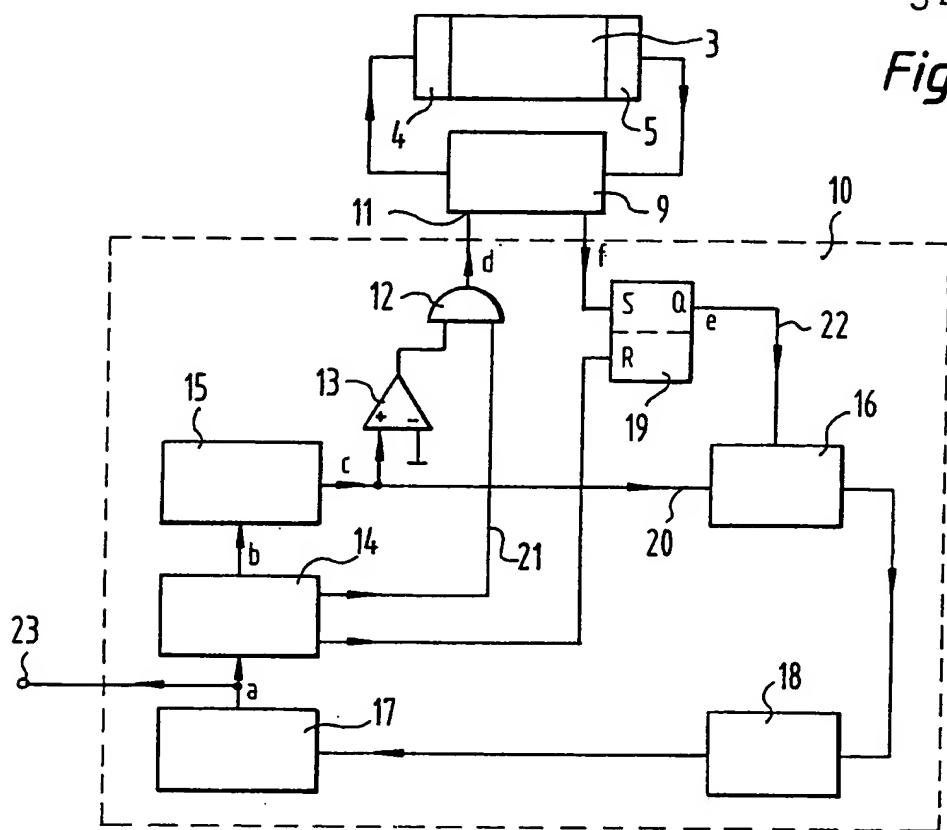


Fig. 4

